

6

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-215401
(43)Date of publication of application : 05.12.1984

(51)Int. CI.

B22F 1/02

// B22F 9/08

C23C 9/02

"A" Publication of
JP 63-66362 B2

(21)Application number : 58-088498 (71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP
(22)Date of filing : 19.05.1983 (72)Inventor : OGURA KUNIAKI

(54) ALLOY STEEL POWDER FOR POWDER METALLURGY AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide alloy steel powder for powder metallurgy having excellent compressibility by diffusing and sticking partially the remaining alloy component on the surface of the atomized alloy steel powder formed by alloying preliminarily and limitedly an alloy component having poor diffusibility to the steel powder in a sintered body.

CONSTITUTION: An alloy component having low diffusibility to steel powder in the stage of sintering the steel powder, for example, Mo, is preliminarily alloyed in the stage of atomizing within the compsn. range where no adverse influence is given on compressibility and the atomized alloy steel powder contg. the alloy component thereof is manufacture. The remaining alloy component having good diffusibility, for example, Ni and Cu are partially diffused and stuck on the surface of the alloy steel powder (a part of the alloy component from the inside of the alloy component powder is bound with the steel powder without being thoroughly solutionized in the steel powder). Such diffusion and sticking are accomplished simply by mixing, for example, the above- described steel powder and alloy component powder and heating the mixture to about 700W1,000° C in a reducing atmosphere. The resulted powder is usually solid and is therefore ground to a desired grain size.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公告

⑫ 特許公報(B2)

昭63-66362

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 昭和63年(1988)12月20日

B 22 F 1/00

F-7511-4K

発明の数 2 (全7頁)

⑮ 発明の名称 粉末冶金用合金鋼粉およびその製造方法

⑯ 特 願 昭58-88498

⑰ 公 開 昭59-215401

⑱ 出 願 昭58(1983)5月19日

⑲ 昭59(1984)12月5日

⑳ 発 明 者 小 倉 邦 明 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

㉑ 出 願 人 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

㉒ 代 理 人 弁理士 豊田 武久 外1名

㉓ 審 査 官 岡 田 和 加 子

1

㉔ 特許請求の範囲

1 鋼粉焼結時における鋼粉中への拡散性の劣る合金成分としてMoが粉末の圧縮性に悪影響を与えない組成範囲内で予合金化されてなるアトマイズ合金鋼粉の表面に、残りの合金成分としてNiおよびCuのうちの1種以上が粉末の形で部分的に拡散付着されていることを特徴とする粉末冶金用合金鋼粉。

2 前記Moの予合金量が0.1~1.0重量%の範囲内とされ、かつまた前記Niおよび/またはCuの添加量がNiは上限を2.5重量%、Cuは上限を2.0重量%とされている特許請求の範囲第1項記載の粉末冶金用合金鋼粉。

3 鋼粉焼結時における鋼粉中への拡散性が劣る合金成分としてMoを粉末の圧縮性に悪影響を与えない組成範囲内で予合金化してなる合金鋼溶湯をアトマイズ法により粉末化してアトマイズ合金鋼粉を作成し、次いで残りの合金成分としてNiおよびCuのうちの1種以上を粉末の形で前記アトマイズ合金鋼粉の表面に拡散付着させることを特徴とする粉末冶金用合金鋼粉の製造方法。

発明の詳細な説明

この発明は各種焼結部品の製造に使用される粉末冶金用合金鋼粉およびその製造方法に関するものである。

従来から純鉄粉を主原料とした焼結部品が知られているが、この種の焼結部品は強度レベルが低く、その用途が限られる欠点があった。そこで最

2

近では上記欠点を補うために純鉄粉に代えて合金鋼粉を使用する技術が開発されている。しかしながら鉄粉中に合金成分を過度に固溶させた場合、鋼粉の圧縮性を損うことが多く、その場合高い焼結密度が得られなくなつて、結果的に強度向上が望めなくなる問題がある。

一方、純鉄粉に合金成分粉末を混合して、焼結時に合金成分を反応固溶化させる方法も従来から広く採用されている。しかしながらこの方法では圧縮性はある程度確保されるものの、成形性が低下したり、成形時の粉末偏析により組織の不均一が生じたり、さらには焼結時の固溶拡散の不良により組織の不均一が生じたりする問題がある。

そこで例えば特公昭45-9649号において提案されているように、純鉄粉に合金成分粉末を部分的に拡散付着させる方法により製造された粉末を使用することによつて上述の問題を克服することが考えられる。上記提案において純鉄粉に合金成分粉末を部分的に拡散させるための具体的方法としては、鉄中への拡散性の低い合金成分、例えばMoについてMo酸化物を純鉄粉と混合して還元性雰囲気中で加熱することにより純鉄粉表面に微細にMoを析出させる方法が開示されているが、この方法ではMo添加の工程が複雑となり、またMoの添加歩留りが低下する可能性があり、さらにMoの如くその酸化物が比較的低温で蒸発しない合金成分については適用が困難である等の問題がある。また上記提案には、Mo等の合金成分の

可溶性塩類の溶液に純鉄粉を浸し、乾燥および加熱して純鉄粉表面に微細にMo等の合金成分を析出させるとともにその合金成分を鉄粉中へ拡散させる方法も開示されているが、この場合乾燥工程を要するため工程が複雑となり、製造コストが高くなる等の問題がある。

この発明は以上の事情に鑑みてなされたもので、上述のような諸問題を克服し、特に圧縮性に優れた粉末冶金用合金鋼粉およびその製造方法を提供することを目的とするものである。

すなわちこの発明の粉末冶金用合金鋼粉は、鋼粉焼結時の鋼粉中への拡散性が劣る合金成分としてのMoを圧縮性に悪影響を与えない組成範囲内で予合金化してなるアトマイズ合金鋼粉表面に、残りの合金成分としてのNiおよび/またはCuを粉末の形で部分的に拡散付着してなることを特徴とするものである。またこの発明の粉末冶金用合金鋼粉は、前述の鋼粉中への拡散性が劣る合金成分としてのMoを0.1~1.0重量%の範囲で予合金化したアトマイズ合金鋼粉を用い、かつそのアトマイズ合金鋼粉の表面に粉末の形で部分的に拡散付着される合金成分として、2.5重量%以下のNiおよび2.0重量%以下のCuのうち少なくとも1種または2種を用いたものである。さらにこの発明の粉末冶金用合金鋼粉製造方法は、鋼粉焼結時における鋼粉中への拡散性が劣る合金成分としてのMoを粉末の圧縮性に悪影響を与えない組成範囲内で予合金化してなる合金鋼溶湯をアトマイズ法により粉末化してアトマイズ合金鋼粉を作成し、次いで残りの合金成分としてのNiおよび/またはCuを粉末の形で前記アトマイズ合金鋼粉の表面に拡散付着させることを特徴とするものである。

以下この発明の粉末冶金用合金鋼粉およびその製造方法についてさらに詳細に説明する。

この発明の粉末冶金用合金鋼粉を製造するにあたっては、先ず前述のように鋼粉焼結時における鋼粉中への拡散性の劣る合金成分としてのMoをアトマイズ時に予合金化し、その合金成分を含有するアトマイズ合金鋼粉を作成する。すなわち、Moを含有する合金鋼溶湯を溶製し、その合金鋼溶湯を水アトマイズ法あるいはガスアトマイズ法により噴霧急冷して、Moを含有するアトマイズ合金鋼粉を得る。ついでそのアトマイズ合金鋼粉

の表面に残りの拡散性が良好な合金成分としてのNiやCuを粉末の形で部分的に拡散付着させる。ここで部分的に拡散付着させるとは、合金成分を鋼粉に完全には固溶させず、合金成分粉末中からその合金成分の一部が鋼粉中に拡散して、合金成分粉末の一部が鋼粉に結合した状態とすることを意味する。このように残りの合金成分を粉末の形で鋼粉表面に部分的に拡散付着させるためには、例えば前記アトマイズ合金鋼粉と合金成分粉末としてのNi粉やCu粉を混合し、水素ガス雰囲気等の還元性雰囲気にて700~1000℃程度に加熱すれば良い。斯くすれば、Ni粉やCu粉とアトマイズ合金鋼粉との接触面においてNi成分やCu成分が一部鋼粉中に拡散し、かつNi粉やCu粉は鋼粉と部分的に付着した状態となる。このようにして部分的拡散付着処理を行なった状態では、通常は粉末全体が固まった状態となつていから、所望の粒径に破碎し、必要に応じてさらに焼鈍を施し、最終的な合金鋼粉製品とする。

上述のようにして得られたこの発明の合金鋼粉の断面のX線マイクロアナライザー (EPMA) による2次電子像写真を第1図に、対応するMo特性X線像写真を第2図に示す。また従来法によつて表面にMoを付着させた粉末の断面のEPMAによる2次電子像写真を第3図に、対応するMo特性X線像写真を第4図に示す。第3図、第4図に示すように従来法により得られた粉末では鋼粉1の表面にMo粉2が存在して、Moが偏在していることが明らかであり、これに対し第1図、第2図に示すようにこの発明の合金鋼粉3ではMoが偏在せず、内部にMoが均一に固溶していることが明らかである。このようにこの発明の合金鋼粉はEPMAを適用することによつて従来法で得られた鋼粉と明確に区別することができる。

前述のように合金成分のうち特に拡散性が劣る合金成分であるMoをアトマイズ時に予合金化しておくことにより、この発明の合金鋼粉を用いて粉末冶金を行なう際に、焼結体組織の均一性が向上し、また拡散性の劣る合金成分Moについてアトマイズ後の部分拡散付着処理が不要となるから、その合金成分の添加歩留りが向上し、かつ合金成分の添加工程が単純化して、合金成分添加コストが低廉となる。但しアトマイズ時に予合金化させる合金成分の組成範囲は、粉末の圧縮性に悪

影響を与えない範囲内とする。過度に合金成分を固溶させてアトマイズ合金鋼板の圧縮性が損われれば、圧粉体密度が低下して焼結体密度も低下し、その結果焼結体強度が低下するからである。

一方、拡散性の劣る合金成分であるMoのアトマイズ時の予合金化と併せて、他の合金成分であるNiおよび／またはCuの部分的な拡散付着処理を行なうことによつて、鋼粉の圧縮性を向上させるとともに成形時の成分偏析による焼結体の不均一性を解消させ、かつ焼結時の拡散不良による焼結体組織の不均一性を解消することができる。

この発明の合金鋼粉に使用される合金成分は、アトマイズ時の予合金成分としてはMoを適用し、その後の部分的拡散付着処理を行なう合金成分としてはNiおよび／またはCuを適用する。その理由は次の通りである。

すなわちMoは地鉄中への拡散性が劣るが、通常1重量%以下の少量添加で焼入れ性を増大させかつ硬さを高めるから、Moをアトマイズ時に予合金化することにより鋼粉の圧縮性を損うことなく焼入れ性向上および硬さの増大を図ることができる。一方Niは靱性および焼き入れ性を改善する効果がありしかも地鉄中への拡散性が良好であり、また、Cuは強度、耐食性を向上させる効果がありかつ地鉄中への拡散が容易であるから、Niおよび／またはCuをアトマイズ合金粉末に対し部分的に拡散付着させることによつてこれらの効果を発揮させることができる。

但しアトマイズ時のMoの予合金量は0.1～1.0重量%の範囲内とし、またその0.1～1.0重量%のMoを含有するアトマイズ合金鋼粉に対し部分的に拡散付着させるNiおよび／またはCuは、それ*

*それぞれ上限を2.5重量%、2.0重量%とすることが望ましい。これらの成分限定理由は次の通りである。

Mo；Moは通常0.1重量%以上の添加量で前述のMo添加効果が得られるが、添加量が1.0重量%を越えれば鋼粉の圧縮性が急激に低下し、また鋼粉のコストが高くなつて経済性が損われるから、下限を0.1重量%、上限を1.0重量%とした。

Ni；Niはその添加量を増大させる程、前述のNi添加効果がより増大するが、2.5重量%を越えて添加すれば、部分的に拡散したNiによる鋼粉表面の硬化が無視できなくなつて圧縮性が低下し、また鋼粉の経済性も損われるから、上限を2.5重量%とした。

Cu；CuはNiと同様に添加量を増大させる程、前述のCu添加効果が大きくなるが、Cuは地鉄中への拡散、特に結晶粒界への拡散性が優れるから、添加量が2.0%を越えれば部分的に拡散したCuのために鋼粉の圧縮性が低下し、かつまた鋼粉の経済性が損われるから、上限を2.0重量%とした。

次にこの発明について予備試験例および実施例にしたがつてさらに具体的に説明する。

予備試験例

Mo含有量を3水準に変化させて水アトマイズ法により3種のMo予合金量のアトマイズ合金鋼粉を作成し、その鋼粉を水素ガス雰囲気中にて1000℃で還元焼鈍した。焼鈍後の合金鋼粉に1.0%のステアリン酸亜鉛を添加混合して、2種の成形圧力により圧粉成形した。その合金鋼粉の化学組成および圧粉体密度を第1表に示す。

第 1 表

| 試料 記号 | 鋼粉化学成分(重量%) | | | 圧粉体密度(g/cm ³) | |
|----------|-------------|------|------|---------------------------|------------------------|
| | C | Mo | O | 成形圧力5t/cm ² | 成形圧力7t/cm ² |
| A | 0.004 | 0.58 | 0.15 | 6.72 | 7.21 |
| B | 0.005 | 0.73 | 0.14 | 6.67 | 7.17 |
| C | 0.011 | 1.02 | 0.14 | 6.50 | 7.02 |

第1表から、Mo予合金量が0.58重量%の試料Aでは、成型圧力7t/cm²において7.21 g/cm³の高い圧粉体密度を得ることができたが、Mo予合金

量の増加とともに圧粉体密度は低下し、特に予合金量が1.0重量%を越えればMoとの親和力の強いCの残留量も増加して鋼粉の硬さが急激に高くな

るため、圧粉体密度が急激に低下することが明らかとなった。

実施例 1

水アトマイズ法により一定量のMoを予合金化させたアトマイズ合金鋼粉を作成し、その鋼粉にNi粉を3水準に変化させて混合添加後、 H_2 雰囲気*

*気にて $1000^\circ\text{C} \times 1$ 時間還元焼鈍して、Niを部分的に拡散付着させた。得られた合金鋼粉に1.0%のステアリン酸亜鉛を添加混合して2種の成形圧力により圧粉成形した。この実施例における鋼粉の化学成分および圧粉体密度を第2表に示す。

第 2 表

| 試料記号 | 鋼粉化学成分(重量%) | | | | 圧粉体密度(g/cm^3) | |
|------|-------------|------|------|------|---------------------------------|-----------------------|
| | C | Mo | Ni | O | 成形圧力5t/ cm^2 | 成形圧力7t/ cm^2 |
| D | 0.003 | 0.58 | 2.06 | 0.15 | 6.67 | 7.17 |
| E | 0.005 | 0.58 | 2.35 | 0.15 | 6.61 | 7.12 |
| F | 0.004 | 0.58 | 2.55 | 0.15 | 6.51 | 7.05 |

第2表から明らかなように、Ni添加量が2.06重量%では7t/ cm^2 の成形圧力で7.17 g/cm^3 の高い圧粉体密度が得られたが、Ni添加量が2.5%を超えれば添加Ni粉の鋼粉表面層中への部分的拡散量の増大により圧粉体密度が急激に低下したことがわかる。

実施例 2

水アトマイズ法により一定量のMoを予合金化*

*させたアトマイズ合金鋼粉を作成し、その鋼粉にCu粉を3水準に変化させて混合添加後、 H_2 雰囲気にて $1000^\circ\text{C} \times 1$ 時間還元焼鈍して、Cuを部分的に拡散付着させた。得られた合金鋼粉に、1.0%のステアリン酸亜鉛を添加混合して、2種の成形圧力にて圧粉成形した。この実施例における鋼粉化学成分および圧粉体密度を第3表に示す。

第 3 表

| 試料記号 | 鋼粉化学成分(重量%) | | | | 圧粉体密度(g/cm^3) | |
|------|-------------|------|------|------|---------------------------------|-----------------------|
| | C | Mo | Cu | O | 成形圧力5t/ cm^2 | 成形圧力7t/ cm^2 |
| G | 0.004 | 0.58 | 1.51 | 0.16 | 6.71 | 7.20 |
| H | 0.004 | 0.58 | 1.81 | 0.16 | 6.66 | 7.16 |
| I | 0.004 | 0.58 | 2.03 | 0.16 | 6.54 | 7.08 |

第3表から、Cu添加量1.51重量%では7t/ cm^2 の成形圧力で7.20 g/cm^3 の高い圧粉体密度が得られたが、Cu添加量が2.0%を越えれば鋼粉中へのCuの部分的拡散量が増加するため圧粉体密度が急激に低下することが明らかである。

実施例 3

水アトマイズ法により一定量のMoを予合金化させたアトマイズ合金鋼粉を作成し、その鋼粉に

Ni粉およびCu粉を添加混合した後、 H_2 雰囲気中にて $1000^\circ\text{C} \times 1$ 時間還元焼鈍して、Ni、Cuを鋼粉表面に部分的に拡散付着させた。得られた合金鋼粉にステアリン酸亜鉛1.0%を添加混合して2種の成形圧力により圧粉成形した。この実施例による合金鋼粉の化学成分および圧粉体密度を第4表に示す。

第 4 表

| 試料記号 | 鋼粉化学成分(重量%) | | | | | 圧粉体密度(g/cm) | |
|------|-------------|------|------|------|------|------------------------|------------------------|
| | C | Mo | Ni | Cu | O | 成形圧力5t/cm ² | 成形圧力7t/cm ² |
| J | 0.004 | 0.58 | 1.48 | 0.93 | 0.15 | 6.67 | 7.18 |

第 4 表に示すように、Ni1.48重量%および Cu0.93%を添加したこの実施例の鋼粉では、7t/cm²の成形圧力で7.18 g/cm³の高い圧粉体密度が得られた。

実施例 4

実施例 3 で得られた鋼粉と同一の鋼粉（試料記号 J）にステアリン酸亜鉛1.0%および黒鉛粉を 0.9%添加混合し、7t/cm²の成形圧力でJSPM標準引張試験片に圧粉成形し、さらに AX ガス雰囲気中において1150℃で50分間焼結した。また比較のため、純鉄粉にMo粉、Ni粉、Cu粉を試料記号 J *

*の鋼粉組成とほぼ同等となるように混合し、かつ前記同様に黒鉛粉0.9%およびステアリン酸亜鉛1.0%を添加混合して、前記と同じ条件で圧粉成形および焼結した（比較例 1）。また特公昭45-9649号に開示されている従来の製法に従って合金成分を部分的に拡散付着させた鋼粉に、黒鉛0.9%およびステアリン酸亜鉛1.0%を添加混合して、前記と同じ条件で圧粉成形および焼結した（比較例 2）。得られた各焼結体の化学成分組成および圧粉成形体の密度、ならびに焼結体の引張強さを第 5 表に示す。

第 5 表

| 試料記号 | 焼結体化学成分(重量%) | | | | | 圧粉体密度 (g/cm ³) | 焼結体引張強さ (kg/mm ²) |
|-------|--------------|------|------|------|------|-------------------------------|----------------------------------|
| | C | Mo | Ni | Cu | O | | |
| J | 0.82 | 0.58 | 1.48 | 0.93 | 0.06 | 7.17 | 69.0 |
| 比較例 1 | 0.83 | 0.56 | 1.50 | 0.89 | 0.06 | 7.18 | 64.5 |
| 比較例 2 | 0.84 | 0.57 | 1.51 | 1.42 | 0.06 | 7.15 | 66.0 |

第 5 表から明らかなように、この発明の合金鋼粉（試料記号 J）を用いた焼結体（比較例 1）の引張強さは、従来の通常の混粉法で作成した焼結体（比較例 1）と比較して焼結体組織の均一性が優れるため、約 5 kg/mm²も高い値が得られた。また特公昭45-9649号の方法により合金成分を部分的に拡散付着させた鋼粉を用いて作成された焼結体（比較例 2）は、従来の混粉法により製造された焼結体（比較例 1）よりは引張強さが改善されていたものの、この発明の実施例による鋼粉を用いた焼結体（試料記号 J）と比較すれば、合金量が多いにもかかわらず引張強さが劣り、したがってこの発明の鋼粉を用いることによつてより高強度の焼結体を得られることが明らかである。

以上の説明で明らかなようにこの発明の粉末冶金用合金鋼粉は、焼結体における鋼粉に対する拡散性が劣る合金成分を圧縮性を損わない範囲内で予合金化してなるアトマイズ合金鋼粉を用い、残

りの合金成分を前記アトマイズ合金鋼粉の表面に粉末の形で部分的に拡散付着させてなるものであるから、この発明の合金鋼粉は圧縮性に優れており、したがって高密度で高強度の焼結体を得ることができ、しかも成形時の粉末偏析や焼結時の拡散不良等により焼結体の組織不均一を招くおそれもない等の種の利点を有する。またこの発明の合金鋼粉製造方法は、従来から提案されている特公昭45-9649号の方法と比較して、製造工程が簡単でしかも合金成分の添加歩留りが格段に高く、低コストで優れた特性の合金鋼粉を提供し得る等、各種の利点を有するものである。

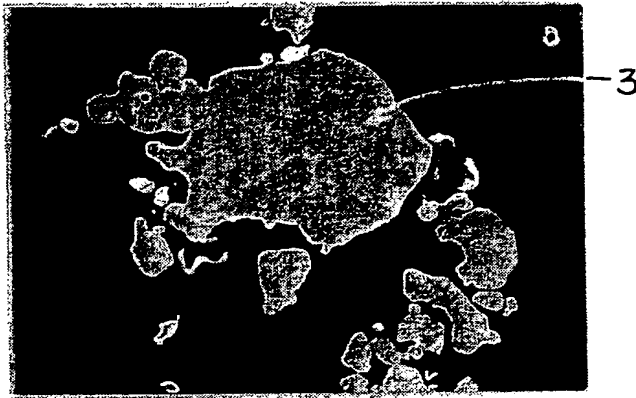
図面の簡単な説明

第 1 図、第 2 図はこの発明の合金鋼粉の断面の EPMA 写真で、第 1 図は 2 次電子像写真、第 2 図は Mo 特性 X 線像写真、第 3 図、第 4 図は従来の方法により得られた合金鋼粉の EPMA 写真で、第 3 図は 2 次電子像写真、第 4 図は Mo 特性 X 線

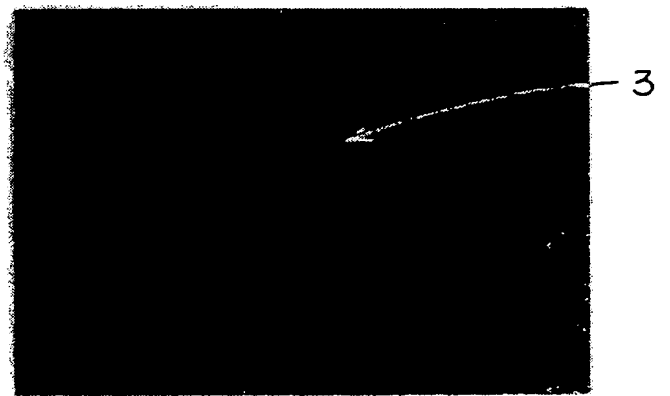
11

像である。

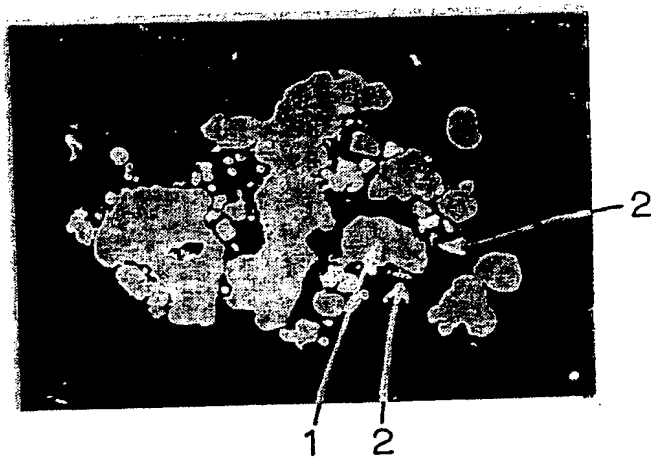
第1図



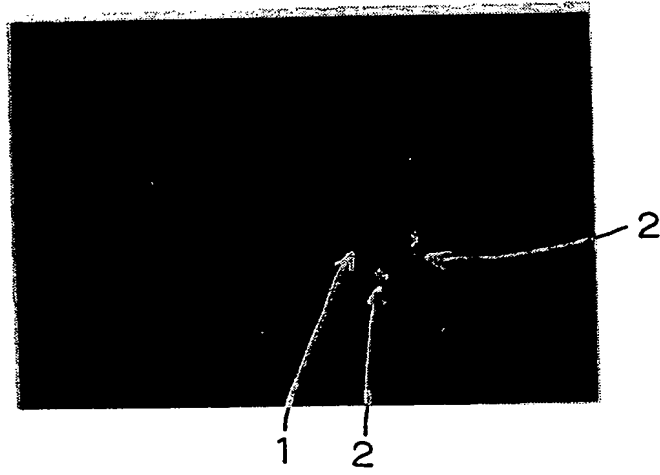
第2図



第3図



第 4 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.